

4/5

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-189757

(43)Date of publication of application : 30.07.1993

(51)Int.Cl.

G11B 5/82
G11B 5/84

(21)Application number : 03-093072

(71)Applicant : KOBE STEEL LTD

(22)Date of filing : 31.03.1991

(72)Inventor : MURAMATSU KAZUO

OOTA YUKIHIRO

NAKAMURA HIROKO

TAKADA SHUNSUKE

TAKADA SATORU

(54) SUBSTRATE OF MAGNETIC DISK AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To inhibit errors in recording and reproduction by regulating the number of graphite particles deposited on the surface of amorphous carbon to a specified value by heating at a prescribed heating rate or below and succeeding pressurization to a prescribed pressure.

CONSTITUTION: Amorphous carbon having ≥ 1.65 apparent density and ≥ 400 Vickers hardness is subjected to hot isostatic pressure treatment by heating to a prescribed temp. at $\leq 1,000^\circ$ C/hr heating rate and succeeding pressurization to a prescribed pressure so as to regulate the number of graphite particles of $\geq 30\mu\text{m}$ size deposited on the surface of the amorphous carbon to ≤ 15 per 10cm^2 . When the substrate of a magnetic disk is made of the resulting carbonaceous material, errors in recording and reproduction are suppressed.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 26.11.1992

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 2099038

[Date of registration] 22.10.1996

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right] 29.01.2000

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(J P)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-189757

(43)公開日 平成5年(1993)7月30日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 B	5/82	7303-5D		
	5/84	Z 7303-5D		

審査請求 有 請求項の数3(全 8 頁)

(21)出願番号 特願平3-93072

(22)出願日 平成3年(1991)3月31日

(71)出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町1丁目3番18号

(72)発明者 村松 一生

兵庫県神戸市東灘区北青木2丁目10番6号

W6911

(72)発明者 太田 進博

兵庫県神戸市東灘区北青木2丁目10番6号

E6010

(72)発明者 中村 浩子

兵庫県加古川市平岡町二俣1007

(74)代理人 弁理士 藤巻 正憲

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 磁気ディスク基板及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 炭素材料からなり、磁気ディスクとしたときに記録再生エラーを抑制することができる磁気ディスク基板及びその製造方法を提供することを目的とする。

【構成】 その表面の30 μ m以上の析出グラファイトの数を10cm²当たり15個以下に規制する。このような基板は、熱間静水圧処理を施す際に、1000℃/時以下の昇温速度で所定温度に昇温した後、所定圧力に昇圧することにより、製造することができる。

図1(部分拡大)

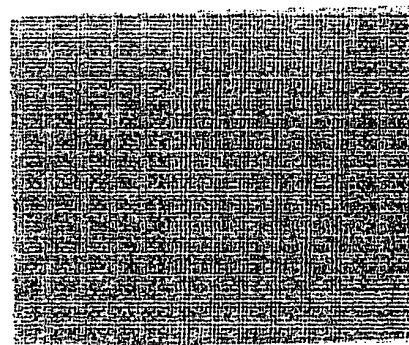


図1

(倍率50倍)

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素材料からなる磁気ディスク基板において、見掛け密度が1.65以上であると共にビッカース硬度が400以上であるアモルファスカーボンからなり、その表面に析出した粒径が $30\mu\text{m}$ 以上の析出グラファイトの数が 10cm^2 当たり15個以下であることを特徴とする磁気ディスク基板。

【請求項2】 熱硬化性樹脂を所定の形状に成形する工程と、この成形体を焼成する工程と、焼成後の前記成形体に熱間静水圧処理を施す工程とを有し、前記熱間静水圧処理時においては、 1000°C ／時以下の昇温速度で所定温度に昇温した後、所定圧力に昇圧することを特徴とする磁気ディスク基板の製造方法。

【請求項3】 前記熱間静水圧処理時には窒素を圧力媒体とすることを特徴とする請求項2に記載の磁気ディスク基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は高密度記録に好適の磁気ディスク基板に関し、特に炭素材を基材とする磁気ディスク基板に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、磁気ディスク装置の飛躍的な進歩と、磁気記録媒体としての磁気ディスクの高記録密度化により、磁気ディスク基板には以下に示す特性の向上が要望されている。

【0003】 (1) 磁気ディスクを高密度記録化するために、基板の表面性状として、表面精度が優れ、欠陥が少ないこと。

【0004】 (2) 磁気ヘッドの追従性を良好にするために、磁気ディスク用基板は表面平滑性及び表面平坦度を劣化させるような微小なピッチのうねりが小さく、且つ微小突起がない表面形状を有すること。

【0005】 (3) 磁気媒体が担持される基板として、表面処理性が良好な化学的性質を有すると共に、非磁性であること。

【0006】 (4) 耐食性及び耐候性が優れていると共に、高強度且つ高硬度であること。

【0007】 (5) 良好な浮上特性を有すると共に、耐CSS（コンタクト・スタート・ストップ）性を高めるために軽量であること。

【0008】 このような背景のもとで、従来のアルミニウム合金製磁気ディスク基板に替り、近時、高密度記録用磁気ディスク基板として、セラミックスにガラスをコーティングしたもの、又はガラス板によるものが開発されている。これらの基板は、耐熱性が優れていると共に高剛性で表面研磨により優れた表面精度が得られるために、高密度記録に適している。

【0009】 しかしながら、これらの材料は脆性破壊しやすいという欠点がある。このため、回転、衝撃、加傷

及びヒートショック等により破損しやすいので信頼性が低い。

【0010】 また、セラミックス系の材料は、比重が高いため、アルミニウム合金に比して、ディスクドライブ駆動系に大きな負荷がかかり、駆動装置の小型化が困難である。

【0011】 これに対し、炭素材料は、比重が1.5乃至2.0と小さいと共に、熱膨張係数が小さく熱安定性が優れている。そこで、前述のアルミニウム合金又はセラミックス系材料に替り、高密度記録用磁気ディスク基板として炭素材料の実用化が期待されている。

【0012】 図6は従来の炭素材料からなる磁気ディスク基板の製造方法を示す工程図である。

【0013】 先ず、準備工程1においては、磁気ディスク基板の材料となる熱硬化性樹脂を用意する。次に、成形工程2においては、この熱硬化性樹脂を磁気ディスクの形状に成形する。次に、焼成工程3においては、この成形体を焼成して、熱硬化性樹脂を炭素化する。次に、高温高压工程においては、熱間静水圧（HIP）装置を使用して、この成形体に高温高压処理を施す。この工程3、4により、材料中の気孔が除去され、所定の硬度及び密度の基板を得ることができる。次に、研磨工程5においては、この基板の表面を研磨して平坦化する。次いで、テクスチャー工程6においては、カーボン基板の表面にテクスチャー処理を施し、微小な凹凸を形成する。これにより、磁気ディスク基板が完成する。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、従来の磁気ディスク基板には以下に示す問題点がある。即ち、近年、磁気ディスクの高記録密度化に伴ってビットサイズは益々微小化している。このため、上述した従来の製造方法により製造された磁気ディスク基板では、基板表面に磁気メディア（磁性膜）を成膜して磁気ディスクとした場合に記録再生エラーが発生し、実使用に耐えられない。

【0015】 本発明はかかる問題点に鑑みてなされたものであって、記録再生エラーを抑制できて実使用に供することができる炭素材料からなる磁気ディスク基板を提供することを目的とする。

【0016】

【課題を解決するための手段】 本発明に係る磁気ディスク基板は、炭素材料からなる磁気ディスク基板において、見掛け密度が1.65以上であると共にビッカース硬度が400以上であるアモルファスカーボンからなり、その表面に析出した粒径が $30\mu\text{m}$ 以上の析出グラファイトの数が 10cm^2 当たり15個以下であることを特徴とする。

【0017】 また、本発明に係る磁気ディスク基板の製造方法は、熱硬化性樹脂を所定の形状に成形する工程と、この成形体を焼成する工程と、焼成後の前記成形体に熱間静水圧処理を施す工程とを有し、前記熱間静水圧

処理時においては、1000℃/時以下の昇温速度で所定温度に昇温した後、所定圧力に昇圧することを特徴とする。

【0018】

【作用】本願発明者等は炭素材料からなる磁気ディスク基板を使用した磁気ディスクの記録再生エラーを抑制すべく種々実験研究を行なった。その結果、以下のことが判明した。図7は、従来の炭素材料からなる磁気ディスク基板の表面の顕微鏡写真である（倍率50倍）。従来の製造方法により製造された磁気ディスク基板においては、高温高压処理時に成形体の気孔内にグラファイトが析出して、気孔内にグラファイトが充填される。このため、アモルファスカーボンのマトリックス中にグラファイトが分散した状態になる。このグラファイトは、図7に示すように基板の表面欠陥になり、磁気メディアを成膜して磁気ディスクとした場合に、記録再生エラーの原因になる。しかし、熱間静水圧処理時にグラファイトの析出を皆無にすることは極めて困難である。なお、グラファイトが析出した部分は、研磨条件を適正に選択することにより、鏡面に1μm程度の窪みになる。また、基板上に磁気メディアを形成すると、この窪みの部分における磁気メディアの異常成長は、グラファイトの析出形状に比して若干小さくなる。

【0019】そこで、本願発明者等は種々実験研究を行なった結果、粒径が大きい析出グラファイトの数を規制することにより、磁気ディスクの記録再生エラーを低減できることを見い出した。

【0020】即ち、本発明においては、アモルファスカーボンからなる磁気ディスク基板表面に存在する粒径が30μm以上の析出グラファイトの数を、10cm²当たり15個以下に規制する。これにより、磁気ディスクの記録再生エラーを従来に比して著しく低減できる。なお、磁気ディスク基板の見掛け密度が1.65未満の場合及びビッカース硬度が400未満の場合は、磁気ディスク基板としての機械的強度が不十分である。従って、磁気ディスク基板の見掛け密度は1.65以上であり、ビッカース硬度は400以上であることが必要である。

【0021】また、本願発明者等は、このような磁気デ

ィスク基板の製造方法についても種々実験研究を行なった。その結果、熱間静水圧処理時（即ち、高温高压処理時）に材料から発生したH₂が低分子の炭化水素になり、更に気孔内でグラファイトとして析出することから、熱間静水圧処理時の昇温速度を1000℃/時以下にすると共に、所定温度に到達した後所定圧力にすることにより、粒径が30μm以上の析出グラファイトの数を著しく低減できることが判明した。

【0022】つまり、本発明方法においては、熱間静水圧処理時における昇温速度を1000℃/時以下にする。そして、所定温度に到達した後所定圧力になるようにする。これにより、粒径が30μm以上の析出グラファイトの数が10cm²当たり15個以下の磁気ディスク基板を得ることができる。

【0023】この場合に、圧力媒体としては、窒素（N₂）を使用することが好ましい。熱間静水圧処理においては、H₂が低分子の炭化水素に変化する際に、圧力媒体のガスの熱励起の度合いに影響される。圧力媒体として窒素を使用すると、粒径が大きい析出グラファイトの形成が抑制される。従って、圧力媒体としては窒素を使用することが好ましい。

【0024】

【実施例】次に、本発明の実施例について説明する。

【0025】先ず、熱硬化性樹脂をホットプレスして所定の基板形状に成形した。次に、この成形体をN₂ガス中で1450℃の温度で焼成した。

【0026】次に、焼成後の基板を、下記表1に示す条件で高温高压処理した。これにより、高密度アモルファスカーボン基板を得た。

【0027】次に、端面加工機を使用して、このカーボン基板を外径が95mm、内径が25mm、厚さが1.27mmのディスク状に加工した後、その表面を研磨して、表面粗さR_aを30Åにした。これにより、磁気ディスク基板を得た。なお、この磁気ディスクの表面積（片面）は、66cm²である。

【0028】

【表1】

		昇温速度 (℃/時)	最高処理温度 (℃)	処理パターン	処理ガス
実施例	1	800	2450	昇温先行	Ar
	2	800	2450	昇温先行	N ₂
比較例	1	1300	2450	同時昇温昇圧	Ar
	2	1000	2450	同時昇温昇圧	Ar
	3	800	2450	同時昇温昇圧	Ar
	4	1500	2450	同時昇温昇圧	Ar

【0029】これらの実施例及び比較例の各磁気ディスク基板の表面の析出グラファイトの大きさ及び数を磁気ディスク欠陥検査装置を使用して測定した。この磁気ディスク欠陥検査装置は、レーザ光の反射の散乱から、欠陥の形状及び数を測定するものである。例えば、図1は測定範囲を一辺が3 μ mの正方形として、基板のグラファイト部のラマン分光の測定結果を示すグラフ図、図2は基板のアモルファスカーボンのマトリックス部のラマン分光の測定結果を示すグラフ図である。炭素材料から成る基板は、アモルファス構造による1360カイザー付近のピークとグラファイト構造による1600カイザー付近のピークとを有する。グラファイト部では、1360カイザー付近のピークが低くなり、1600カイザー付近のピークが高くなる。従って、このラマン分光測定により、グラフ

ァイト部を識別することができる。

【0030】析出グラファイトに起因する欠陥と、原料中の異物及び洗浄不良に起因するしみ等に起因する欠陥とは、磁気ディスク欠陥検査装置のパラメータを適正に設定することにより区別した。

【0031】下記表2に、実施例及び比較例の各磁気ディスクの析出グラファイトの大きさ及び数を示す。また、粒径が30 μ m以上の析出グラファイトの10cm²当たりの個数も併せて示した。

【0032】なお、図3は、実施例1の磁気ディスク基板10の表面の析出グラファイトの分布を示す平面図である。

【0033】

【表2】

		析出グラファイトの数			30 μ m以上の析出グラファイトの10cm ² 当たりの個数
		30 μ m以上	20~30 μ m	10~20 μ m	
実施例	1	85	180	265	12.9
	2	25	55	110	3.8
比較例	1	950	測定不能	測定不能	143.9
	2	525	1250	測定不能	79.5
	3	200	455	1110	30.3
	4	1220	測定不能	測定不能	184.8

【0034】次に、DCマグネトロンスパッタリング装置を使用して、実施例及び比較例の各アモルファスカーボン基板上に、Cr下地膜、CoNiCr膜及びC膜を

夫々1500Å、600Å及び600Åの膜厚で成膜した。その後、磁気ディスクサーティファイヤーを使用して、実施例及び比較例の磁気ディスク基板の記録再生エラー数を

調べた。この記録再生エラーの測定条件を下記表3に示し、測定結果を下記表4に示す。但し、表4において、ミッシングパルス (Missing Pulse) 及びエクストラパルス (Extra Pulse) はメディア上の欠陥の種類であり、コレクト (Correct) はデータ処理時に補正可能な

エラーであり、ノンコレクト (Noncorrect) は補正ができないエラーである。

【0035】

【表3】

項 目	条 件
ヘッドタイプ	3370 Mini-Monolithic
ギャップ長さ	1 μ m
ギャップ幅	19 μ m
コイル巻き数	19ターン
コイルインダクタンス	11 μ H
負荷	9.5 grm
ヘッド浮上高さ	0.3 μ m
回転数	3600rpm
周波数	1.25/2.5 MHz
MP/EP クリップレベル	60/35%
モジュレーション クリップレベル	125/75%

【0036】

【表4】

		記録再生エラー数			
		ミッシングパルス		エクストラパルス	
		コレクト	ノンコレクト	コレクト	ノンコレクト
実施例	1	6	2	2	0
	2	2	0	1	0
比較例	1	550	120	115	55
	2	350	85	55	22
	3	120	25	35	15
	4	測定不能	測定不能	測定不能	測定不能

【0037】通常、磁気ディスクの片面に記録再生エラーが20個以上あると、実用にならないとされている。実施例1、2の磁気ディスク基板は、いずれも記録再生エラーが極めて少なく、磁気ディスク用基板として優れている。一方、比較例1乃至4の基板はいずれも記録再生エラーが120以上と多く、実使用に供することができないものであった。なお、粒径が20 μ m以下の析出グラファイトは、磁気メディアの下地層により、必ずしも記録再生エラーの原因になるとは限らない。

【0038】なお、図4は、実施例1の基板を使用した磁気ディスクのエラー分布状態を示す平面図である。また、図5は、実施例の磁気ディスク基板の表面の顕微鏡写真である（倍率50倍）。この図4、5から明らかなように、本発明の実施例に係る磁気ディスク基板は、その表面に析出グラファイトの数が従来に比して極めて少ない。

【0039】

【発明の効果】以上説明したように本発明によれば、粒径が30 μ m以上の析出グラファイトの数を10cm²当たり15個以下に規制したから、磁気ディスクとしたときの記録再生エラーを抑制でき、従来困難であった炭素材料から成る磁気ディスク基板を実用化することができる。これにより、軽量、高耐熱性及び表面平滑性が優れ、記録密度が高い磁気ディスクを得ることができる。

【0040】また、本発明方法によれば、熱間静水圧処理において所定値以下の温度上昇速度で所定温度に昇温した後所定の圧力に到達するようにしたから、上述の磁

気ディスク用基板を容易に製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】炭素材料から成る基板のアモルファスカーボンのグラファイト部のラマン分光の測定結果を示すグラフ図である。

【図2】炭素材料から成る基板のアモルファスカーボンのマトリックス部のラマン分光の測定結果を示すグラフ図である。

【図3】本発明の実施例に係る磁気ディスク基板の表面の析出グラファイトの分布を示す平面図である。

【図4】本発明の実施例に係る磁気ディスク基板を使用した磁気ディスクのエラー分布状態を示す平面図である。

【図5】本発明の実施例に係る磁気ディスク基板の表面の顕微鏡写真である。

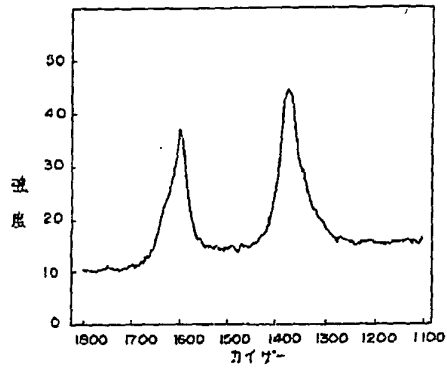
【図6】従来の炭素材料からなる磁気ディスク基板の製造方法を示す工程図である。

【図7】従来の炭素材料から成る磁気ディスク基板の表面の顕微鏡写真である。

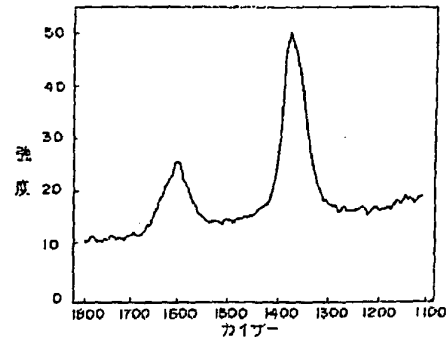
【符号の説明】

- 1：準備工程
- 2：成形工程
- 3：焼成工程
- 4：高温高压工程
- 5：研磨工程
- 6：テクスチャー工程

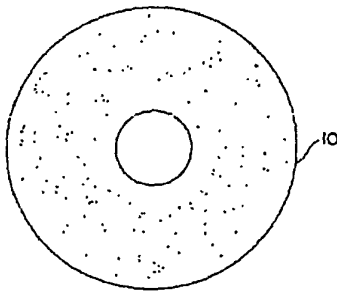
【図1】



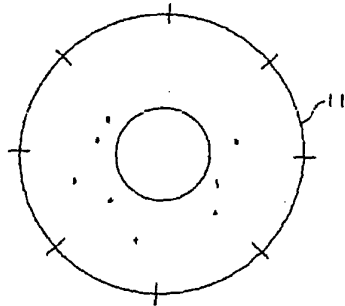
【図2】



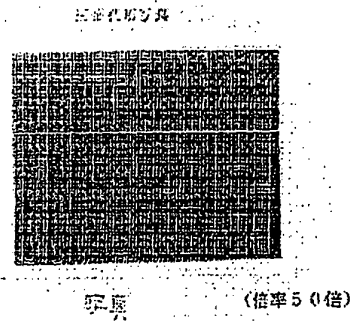
【図3】



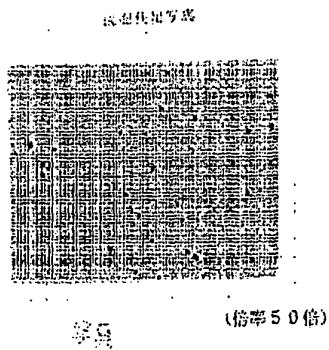
【図4】



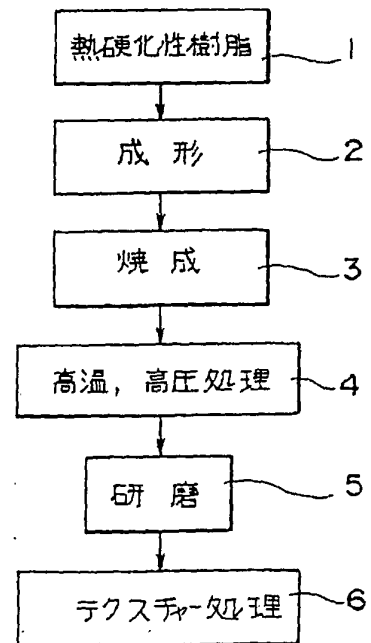
【図5】



【図7】



【図6】



【手続補正書】

【提出日】平成4年11月26日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0013

【補正方法】変更

【補正内容】

【0013】 先ず、準備工程1においては、磁気ディスク基板の材料となる熱硬化性樹脂を用意する。次に、成形工程2においては、この熱硬化性樹脂を磁気ディスクの形状に成形する。次に、焼成工程3においては、この成形体を焼成して、熱硬化性樹脂を炭素化する。次に、高温高压工程においては、熱間静水圧（HIP）装置を使用して、この成形体に高温高压処理を施す。この工程

3、4により、材料中の気孔が除去され、所定の硬度及び密度の基板を得ることができる。次に、研磨工程5においては、この基板の表面を研磨して平坦化する。CSS方式（コンタクト スタート ストップ方式）のハードディスクドライブ用の基板の場合は、次いでテクスチャー工程6を実施する。工程6においては、カーボン基板の表面にテクスチャー処理を施し、微少な凹凸を形成する。近年CSS方式では無く、液体潤滑技術及びランブローディング機構により、ヘッド吸着を回避する技術が開発されている。このようなハードディスクドライブ用の基板の場合はテクスチャーは不要であり研磨工程5にて磁気ディスク基板が完成する。

フロントページの続き

(72)発明者 高田 俊助

兵庫県神戸市灘区篠原伯母野山町2-3-

1

(72)発明者 高田 悟

兵庫県神戸市灘区新在家南町2-2-5